МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.873:546.811.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТАЛЛИЙ

Метод химико-спектрального определения олова

ГОСТ 20997.5—81*

Thallium.
Method of chemical-spectral determination of tin

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 мая 1981 г. № 2589 срок введения установлен

с 01.07.82

Постановлением Госстандарта от 22.04.92 № 430 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт устанавливает метод химико-спектрального определения олова в таллии при массовой доле олова от $3 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %.

Метод основан на предварительном экстракционном концентрировании олова в виде йодидного комплекса, осаждении его с гидроокисью индия и спектрографическом анализе окиси индия, полученной после прокаливания гидроокиси при температуре 350—400 °С.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20997.0—81.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 штрихов на 1 мм (первый порядок) с трехлинзовой системой освещения щели.

Генератор дуговой, приспособленный для поджига дуги постоянного тока высокочастотным разрядом.

Источник постоянного тока на 250—300 В и 30—50 А.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Спектропроектор типа ПС-18.

Весы торсионные типа ВТ или аналогичные с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Лампа инфракрасная с лабораторным автотрансформатором типа РНО-250—2 или аналогичным.

Боксы из органического стекла.

Ступка из органического стекла с пестиком.

Посуда кварцевая и стеклянная.

Электроды графитовые особой чистоты диаметром 6 мм с размером кратера 4 × 4 мм.

Контрэлектроды графитовые особой чистоты диаметром 6 мм, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 2 мм.

Индий по ГОСТ 10297—94 с массовой долей олова менее $5 \cdot 10^{-5}$ %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, перегнанная в кварцевом аппарате или очищенная на ионизационной колонке.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78, раствор 1:2.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, перегнанная в кварцевом аппарате или кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Издание (январь 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1986 г., апреле 1992 г. (ИУС 2—87, 7—92)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 2001

Кислота хлорная.

Натрий йодистый по ГОСТ 8422—76 и растворы 1 и 0,05 М.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147—80.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76.

Фотопластинки «спектрографические» типа II.

Проявитель метол-гидрохиноновый.

Фиксаж кислый.

Раствор индия 10 %-ный: навеску индия массой 5,0 г растворяют в 12 см^3 азотной кислоты, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3.

Раствор олова 0,1 %-ный: навеску тонкоизмельченного олова массой 0,100 г растворяют в 2 см^3 азотной кислоты. После перехода всего олова в метаоловянную кислоту в стакан добавляют 20 см^3 воды и 4,0 г щавелевой кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Стакан несколько раз промывают водой до полного растворения щавелевой кислоты. Промывные воды сливают в ту же мерную колбу и доводят до метки водой.

Раствор А: 10 см^3 0,1 %-ного раствора олова переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и разбавляют водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг олова.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и разбавляют до метки водой.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг олова.

Раствор В: 10 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и разбавляют до метки водой.

1 см^3 раствора В содержит 0,001 мг олова.

Стандартные растворы Б и В готовят в день употребления.

Образцы сравнения, с массовой долей олова $1 \cdot 10^{-4}$; $2 \cdot 10^{-4}$; $3 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $3 \cdot 10^{-3}$ %; готовят одновременно с анализируемыми пробами.

Примечание. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра и других спектрографических приборов и установок, других материалов и реактивов при условии получения точностных характеристик не хуже установленных настоящим стандартом.

Раздел 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску металлического таллия массой 3,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 15 см^3 раствора серной кислоты (1:2). Стакан накрывают часовым стеклом. В последний момент растворения добавляют одну каплю азотной кислоты. Раствор охлаждают до температуры 50—60 °С, добавляют 30 см^3 воды и 25 см^3 1 М раствора йодистого натрия при перемешивании. Раствор продолжают перемешивать еще 2,5—3,0 мин. Выпавший осадок йодида таллия оранжево-желтого цвета фильтруют через бумажный фильтр. Стакан и фильтр промывают 10 см^3 0,05 М раствора йодистого натрия. Фильтрат и промывные воды соединяют в делительной воронке вместимостью 200 см^3, нагревают до температуры 35—40 °С, добавляют 10 см^3 хлорной кислоты, 30 г йодистого натрия и тщательно перемешивают. Добавляют 10 см^3 бензола и встряхивают в течение 1 мин. После расслоения водный слой отбрасывают, а верхний органический через горло воронки переносят в чашку, в которую добавляют 2 см^3 бензола после промывки делительной воронки.

В эту же чашку вносят 1 см^3 раствора индия. Бензол выпаривают при температуре 40 °С (30—40 мин), а концентрат олова соосаждают с гидроокисью индия, для чего к раствору азотнокислого индия добавляют по каплям при перемешивании стеклянной палочкой 20 капель аммиака до сильного запаха. Полученную гидроокись подсушивают под лампой, на электроплитке, а затем прокаливают в муфельной печи при температуре 350—400 °С в течение 30 мин. После прокаливания полученную окись индия измельчают кварцевым пестиком до мелкой крупки и передают на спектрографический анализ.

Обогащение ведут из четырех навесок. Одновременно для проверки чистоты используемых реактивов проводят контрольный опыт.

Параллельно с анализируемыми пробами к спектрографированию готовят образцы сравнения. Для этого в пять стаканов вместимостью по 100 см^3 помещают массой по 0,2—0,5 г навески таллия, содержащего олова менее $1 \cdot 10^{-5}$ %. В стаканы накапывают соответственно 0,1; 0,2; 0,3; 1,0 и 3,0 см^3 раствора В, что в расчете на 100 мг индия соответствует $1 \cdot 10^{-4}$; $2 \cdot 10^{-4}$; $3 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-3}$ и $3 \cdot 10^{-3}$ %

олова в концентрате. В каждый стакан добавляют по 1 см^3 раствора серной кислоты (1:2) и под часовым стеклом содержимое стакана переводят в раствор. В последний момент растворения добавляют по одной капле азотной кислоты и далее анализ ведут, как при подготовке проб.

3.2. Полученные концентраты образцов сравнения контрольного опыта и проб по 45 мг помещают в кратеры графитовых электродов (анодов) диаметром и глубиной по 4 мм и сжигают в дуге постоянного тока силой 15 А в течение 3 мин (до выгорания). Спектры фотографируют при помощи дифракционного спектрографа типа ДФС-8 на фотопластинках типа II; ширина щели спектрографа 0,020 мм, расстояние между электродами от 2,5 до 3,0 мм должно сохраняться в течение всей экспозиции. На каждую фотопластинку фотографируют спектры концентратов образцов сравнения по два раза, а спектры концентратов проб и контрольных опытов по четыре раза.

Раздел 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернение линий олова с длиной волны 283,99 нм и близлежащего фона. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где $\Delta S = S_{д+ф} - S_ф$, C — массовая доля олова в образцах сравнения в процентах.

По градуировочным графикам находят массовую долю олова в концентрате пробы (C) и контрольного опыта (C_1).

Массовую долю олова в пробе (X) в процентах определяют по формуле

$$X = \frac{C - C_1 \cdot 100}{m},$$

где 100 — масса полученного концентрата, мг;

m — масса навески пробы таллия, взятого на анализ, мг.

Для построения градуировочного графика допускается использовать полулогарифмическую бумагу.

Относительное среднее квадратическое отклонение сходимости результатов параллельных определений не превышает 0,15.

4.2. Расхождения результатов четырех параллельных определений (d), а также расхождения результатов двух анализов (D) не должны превышать значений, указанных в таблице ($P = 0{,}95$).

Массовая доля олова, %	Расхождение четырех результатов параллельных определений, %	Расхождение результатов двух анализов, %
$3{\cdot}10^{-6}$	$1{,}5{\cdot}10^{-6}$	$2{\cdot}10^{-6}$
$6{\cdot}10^{-6}$	$3{\cdot}10^{-6}$	$4{\cdot}10^{-6}$
$1{\cdot}10^{-5}$	$5{\cdot}10^{-6}$	$6{\cdot}10^{-6}$
$2{\cdot}10^{-5}$	$7{\cdot}10^{-6}$	$9{\cdot}10^{-6}$
$4{\cdot}10^{-5}$	$2{\cdot}10^{-5}$	$2{\cdot}10^{-5}$
$8{\cdot}10^{-5}$	$3{\cdot}10^{-5}$	$4{\cdot}10^{-5}$
$1{\cdot}10^{-4}$	$4{\cdot}10^{-5}$	$5{\cdot}10^{-5}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 31.01.2001. Подписано в печать 22.02.2001. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,43. Тираж 124 экз. С 387. Зак. 197.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru